# **EUROPEAN PATENT OFFICE**

# Patent Abstracts of Japan



**PUBLICATION NUMBER** 

04308216

**PUBLICATION DATE** 

30-10-92

APPLICATION DATE

29-03-91

**APPLICATION NUMBER** 

03091445

APPLICANT: TOYO INK MFG CO LTD;

**INVENTOR:** 

SAKUMA KANA;

INT.CL.

D01F 1/04 C08L 33/20 D01F 6/54

TITLE

LIQUID COLORING AGENT FOR MOLDING ACRYLIC RESIN

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a liquid coloring agent having an excellent coloring property on the coloration of a spinning solution for acrylic fibers without affecting the spinnability of the solution and without causing the aggregation of a pigment during storage.

CONSTITUTION: A liquid coloring agent for a molding acrylic resin comprises 100 pts.wt. of a liquid dispersing medium of the below-described formula (1) or (2) (R is saturated or unsaturated alkylphenyl or saturated or unsaturated alkyl, the alkyl group having 4-18C atoms; n is 1-20) and 0.5-150 pts.wt. of a pigment. R-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>n</sub>H (1). RCOO-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>n</sub>

(2).

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平4-308216

(43)公開日 平成4年(1992)10月30日

| (51) Int.Cl. <sup>5</sup> |       | 識別記号 | 庁内整理番号   | FI | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|------|----------|----|--------|
| D01F                      | 1/04  |      | 7199-3B  | •  |        |
| C08L                      | 33/20 | LJJ  | 7242-4 J |    |        |
| D01F                      | 6/54  | Α    | 7199-3B  |    |        |

## 審査請求 未請求 請求項の数1(全 3 頁)

| (21)出願番号 | 特顯平3-91445      | (71)出願人 000222118<br>東洋インキ製造株式会社      |
|----------|-----------------|---------------------------------------|
| (22)出願日  | 平成3年(1991)3月29日 | 東京都中央区京橋 2 丁目 3 番13号<br>(72)発明者 広田 文夫 |
|          |                 | 東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内         |
|          |                 | (72)発明者 佐久間 奏<br>東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋イ |
|          |                 | ンキ製造株式会社内                             |
|          |                 |                                       |
|          |                 |                                       |

# (54) 【発明の名称】 成形アクリル樹脂用液状着色剤

#### (57) 【要約】

【目的】 アクリル繊維の原液着色において着色性に優れ、紡糸性に悪影響を及ぼすことがなく、かつ、保存中に顔料の凝集のない液状着色剤を提供する。

【構成】 下記一般式(1) または(2) で表される液状分散媒 100 重量部と顔料 $0.5\sim150$  重量部とからなる成形アクリル樹脂用液状着色剤

 $R-O-(C_2 H_4 O) \cdot H$ 

(1)

RCOO- (C<sub>2</sub> H<sub>4</sub> O) , H

(2)

(ただし、式中、Rはアルキル基の炭素数が $4\sim1~8$ の 飽和もしくは不飽和アルキルフェニル基または飽和もし くは不飽和アルキル基であり、nは $1\sim2~0$ の整数を表 わす。)。 1

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)または(2)で表され る液状分散媒100重量部と顔料0.5~150重量部 とからなる成形アクリル樹脂用液状着色剤

$$R-O-(C_2 H_4 O) \cdot H$$
 (1)

$$RCOO - (C_2 H_4 O) \cdot H$$
 (2)

(ただし、式中、Rはアルキル基の炭素数が4~18の 飽和もしくは不飽和アルキルフェニル基または飽和もし くは不飽和アルキル基であり、nは1~20の整数を表 わす。)。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は成形アクリル樹脂用液状 着色剤に関する。さらに詳しくは、特にアクリル樹脂の ジメチルカーパミル系溶液から紡糸するアクリル繊維を 原液着色する液状着色剤に関する。

#### [0002]

【従来の技術】アクリル繊維は、染色鮮明性,耐光性, 嵩高性等の点において、汎用衣料繊維であるポリアミ ため、衣料用やカーテン, マット等のインテリア用とし て広く使用されている。しかしながら、カーテン、パラ ソル等耐光性が必要とされる用途では、塩基性染料、分 散染料、酸性染料に使用して着色したものは耐光性が劣 るという欠点がある。上記欠点を改良するために顔料を アクリルニトリル重合体を含む溶液または表面処理を施 した顔料を溶剤に分散させて、濾過した後ドープに添加 する方法が知られている(例えば、特開昭61-670 14号公報)。しかしながら、紡糸原液中に添加された 顔料は分散直後は粗粒子がなく紡糸可能であるが、顔料 30 きる。上記顔料に加えて染料を併用してもよい。 の種類により数時間ないしは数日で凝集、沈降し、凝集 物が紡糸ノズルのフィルターに詰まり、圧力の上昇を起 こして紡糸不能、糸切れを起こす等紡糸の際のトラブル の原因となっていた。

【0003】アクリルニトリル重合体溶液や溶剤での顔 料分散安定性を向上すべく、ボールミル, サンドミル, アトライター等のメディア分散、三本ロール分散等の機 械的分散法、活性剤系, 顔料表面処理剤, 液状樹脂等の 添加剤による手法を試みたが、上記欠点は解決されなか った。

【発明が解決しようとする課題】本発明は、アクリル繊 維の原液着色において着色性に優れ、紡糸性に悪影響を 及ぼすことのない液状着色剤を提供するものである。本 発明はまた、保存中に顔料の凝集のない液状着色剤を提 供するものである。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、下 記一般式(1)または(2)で表される液状分散媒10 0 重量部と顔料 0. 5~150重量部とからなる成形ア クリル樹脂用液状着色剤

R-O- (C2 H4 O) , H

(1)

RCOO- (C<sub>2</sub> H<sub>4</sub> O) , H

(ただし、式中、Rはアルキル基の炭素数が4~18の 飽和もしくは不飽和アルキルフェニル基または飽和もし くは不飽和アルキル基であり、nは1~20の整数を表 わす。)である。

【0005】本発明の液状分散媒である一般式(1)の 具体例としては、ポリオキシエチレンオクチルフェニル エーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテ 10 ル、ポリオキシエチレンデシルフェニルエーテル、ポリ オキシエチレンラウリルフェニルエーテル, ポリオキシ エチレンオレイルフェニルエーテル、ポリオキシエチレ ンオクチルエーテル、ポリオキシエチレンノニルエーテ ル、ポリオキシエチレンデシルエーテル、ポリオキシエ チレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイル エーテル等があり、一般式(2)の具体例としては、ポ リオキシエチレンプチレート、ポリオキシエチレンアミ レート、ポリオキシエチレンヘキシレート、ポリオキシ エチレンヘプチレート, ポリオキシエチレンオクチレー ド,ポリエステル系繊維に見られない優れた性質が有る 20 ト,ポリオキシエチレンノニレート,ポリオキシエチレ ンデシレート、ポリオキシエチレンラウレート, ポリオ キシエチレンオレエート等がある。

> 【0006】本発明の顔料としては例えば、酸化チタン 白、カーボンプラック、透明ベンガラ等の無機顔料、ア **ゾ系、縮合アゾ系、ペリレン系、アンスラキノン系、イ** ソインドリノン系、フタロシアニン系等の有機顔料、ペ リノン系、アンスラキノン系、キノフタロン系等の油溶 性染料、分散染料が挙げられる。又、硫酸パリウム、シ リカ、タルク、カオリン、クレー等の体質顔料も使用で

【0007】本発明の液状着色剤は液状分散媒100重 量部に対して顔料を0.5~150重量部するものであ り、顔料が150重量部より多くなると、液状着色剤の 粘度が高くなる結果、定量供給器よる供給性が悪くなる ので好ましくない。本発明の液状着色剤を得るには、所 定量の顔料と液状分散媒とを配合しホモミキサー、ディ スパーミル等の混合機を使用した後、3ロール, サンド ミル等の一般の混練機で混練して顔料を分散する。得ら れた液状着色剤の粘度は、25℃において(BM型回転 40 粘度, ローターNo4, 20rpm) 10~300ポイ ズであることが望ましい。本発明の液状着色剤はアクリ ル樹脂のジメチルカーバミル系溶液から紡糸するアクリ ル繊維用に使用することができる。液状着色剤の添加量 としては、アクリル樹脂の固形分100部に対して0. 1~15重量部が好ましい。以下、実施例により説明す る。尚例中の部および%はすべて重量基準である。

【実施例1】イルガジンイエロー2GLTE(チパガイ ギー社製) 17. 5部、イルガジンイエロー3RLTN 50 7.5 部およびエマルゲン911 (花王社製ポリオキシ

エチレンノニルフェニルエーテル)75部をディスパー ミルにて混合、攪拌後、三本ロール (回転数350rp m) で2回パスにより混練し、65ポイズ/25℃の液 状着色剤を得た。アクリルニトリル系重合体溶液(固形 分20%, DMF溶剤80%) 100部中にこの液状着 色剤1. 0部を容量型定量供給機にて溶解し、湿式紡糸 機にて2段延伸し、1.5デニールのアクリル繊維を得 た。得られた短繊維の結果を表1に示したが、均染性, 鮮明性、発色性良好な繊維糸条であり、衣料用やインテ いて測色値L\*, a\*, b\*は、倉敷紡績社製「KUROBOAucolo r 10 シリーズ」により、CIE1970、D光源、繊 維1gの条件で測定した。均染性、紡糸性および延伸性 は、4段階評価(◎:著しく良好,○:良好,△:普 通、×:不可)を行った。

#### [0009]

【実施例2】三菱カーポンMA-100 (三菱化成社 製)20部、テラゾールブルーRLS(サンド社製)5 部、ノニポールソフトSM-55 (三洋化成社製ポリオ 例1と同様にして粘度168ポイズ/25℃の液状着色 剤を得た。アクリルニトリル系重合体溶液(固形分20 %, DMF溶剤80%) 100部中にこの液状着色剤 4. 0部を容量型定量供給機にて溶解し、湿式紡糸機に て2段延伸し、1.5デニールのアクリル繊維を得た。 得られた短繊維の結果を表1に示した。

## [0010]

【実施例3】フジチタンTA-300(富士チタン社 製) 60部およびニューコール150 (日本乳化剤社製 ポリオキシエチレンラウレート) 40部を使用して実施 30 ルバーで十分攪拌した後、再度紡糸を試みたが結果は同 例1と同様にして粘度92ポイズ/25℃の液状着色剤 を得た。アクリルニトリル系重合体溶液(固形分20 %, DMF溶剤80%) 100部中にこの液状着色剤\*

\*2. 5部を容量型定量供給機にて溶解し、湿式紡糸機に て2段延伸し、1.5デニールのアクリル繊維を得た。 得られた短繊維の結果を表1に示した。

#### [0011]

【実施例4】三菱カーボンMA-100 20部とノニ ポールSM-35 (三洋化成社製ポリオキシエチレンラ ウリルエーテル80部を使用して実施例1と同様して粘 度141ポイズ/25℃の液状着色剤を得た。アクリル ニトリル系重合体溶液(固形分20%, DMF溶剤80 リア用として充分に使用できるものであった。表中にお 10 %) 95部中にこの液状着色剤5部を容量型定量供給機 にて溶解し、湿式紡糸機にて2段延伸し、1.5デニー ルのアクリル繊維を得た。得られた短繊維の結果を表1 に示した。

#### [0012]

【比較例1】アクリロニトリル重合体5%を含有したD MF溶液90部中に三菱カーポンMA-100 10部 を加えディゾルバーにて10分間撹拌後15リットル横 型サンドミルを3パスし、粗粒子25μm以下、粘度 2. 8ポイズ/25℃の液状着色剤を得た。本液状着色 キシエチレンラウリルエーテル)75部を使用して実施 20 剤を5 $\mu$ カートリッジフィルターにて濾過直後、実施例 1で使用したアクリルニトリル溶液100部中にこの液 状着色剤10部を定量供給機にて添加、溶解し、実施例 1と同様にして紡糸し、1.5デニールのアクリル繊維 を得た。得られた短繊維の結果を表1に示した。

#### [0013]

【比較例2】比較例1で得られた濾過後の液状着色物を 1昼夜室温で放置し、比較例1と同一条件にて紡糸すべ く試みたが、定量供給開始後数分にて紡糸ノズルの圧力 が上昇し、紡糸不能であった。この液状着色剤をディゾ じであった。

[0014]

### 表 1

|       | <b>颜料含有量</b> | <u>L</u> * | a*     | b*    | 均染性 | 紡糸性 | 延伸性 |
|-------|--------------|------------|--------|-------|-----|-----|-----|
| 実施例1  | 0. 25        | 78. 11     | 11.87  | 68.90 | 0   | 0   | 0   |
| 実施例 2 | 1.0          | 16. 20     | -0.20  | -1.43 | 0   | 0   | 0   |
| 実施例3  | 1.5          | 49.37      | 56. 17 | 36.34 | 0   | 0   | 0   |
| 実施例4  | 1.0          | 15.46      | 0.06   | ~0.21 | 0   | 0   | 0   |
| 比較例1  | 1.0          | 16.88      | -0.09  | -0.48 | 0   | 0   | Δ   |
| 比較例 2 | 1.0          |            |        |       | 0   | ×   | ×   |

#### [0015]

【発明の効果】本発明の成形アクリル樹脂用液状着色剤 は顔料分散性の優れた液状分散媒を使用しているため顔 料分散性、分散安定性に優れている。このため、特にア クリル樹脂のジメチルカーパミル系溶液に添加する原着 用着色剤として使用でき、着色力の優れた樹脂成形物を 得ることができる。また、アクリル繊維用の原着用着色 剤として使用すると紡糸性、延伸性等に悪影響を及ぼさ ないで外観に優れたアクリル繊維を製造することができ る。